

Revista de acesso livre no site www.dema.ufcg.edu.br/revista

REMAP

Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.2, 1 (2007)18-26 ISSN 1809-8797

# Influência do Reprocessamento por Plasma nas Propriedades de uma Liga Cu-Al-Ni com Memória de Forma

M. M. Silva<sup>1</sup>, N. J. Silva<sup>1</sup>, M A. Santos<sup>2</sup>, C. J. de Araújo<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Aluno do Curso de Engenharia Mecânica, Depto. de Engenharia Mecânica, UFCG, Campina Grande, PB,

<sup>2</sup>Prof. Doutor, Depto. de Engenharia Mecânica, UFCG, Campina Grande, PB,

(Recebido em 26/02/2007; revisado em 06/03/2007; aceito em 06/04/2007)

(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

## **Resumo:**

Este trabalho tem como objetivo geral analisar a influência do reprocessamento por plasma, com subseqüente conformação pelo método *Skull Push-Pull*, nas propriedades físicas e mecânicas de uma liga Cu-Al-Ni com efeito memória de forma. Uma liga Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) passível de apresentar o fenômeno de memória de forma foi produzida via fusão ao ar em forno de indução. Os lingotes obtidos foram seccionados visando obter amostras com peso médio equivalente a 20g para refusão por plasma e conformação pelo método *Skull Push-Pull* usando a máquina Discovery Plasma da EDG Equipamentos e Controles (Brasil). Os tarugos obtidos por esse processo foram analisados utilizando técnicas de microscopia ótica, microdureza e resistência elétrica em função da temperatura. Comparações entre o material com e sem reprocessamento por plasma foram realizadas para explicar os resultados obtidos. Constatou-se uma redução do tamanho de grão da liga quando reprocessada e conformada pelo método *Skull Push-Pull*, modificando suas propriedades físicas e mecânicas. Observaram-se também maiores níveis de dureza na liga fundida por indução, quando comparada com as reprocessadas. As ligas fundidas por indução, reprocessadas e conformadas, apresentaram pequenas diferenças nas temperaturas de transformação de fase, quando temperadas. Entretanto, a liga reprocessada, mas não conformada, apresentou maiores temperaturas de transformação de fase.

Palavras-chave: Liga Cu-13,5Al-4,0Ni, fundição por indução, refusão por plasma, Skull Push-Pull.

# Abstract:

The aim of this work is to analyze the influence of the plasma melting process, with subsequent metal injection molding by the Skull Push-Pull method, in the physical and mechanical properties of a Cu-Al-Ni shape memory alloy (SMA). The Cu-13,5Al-4,0Ni (% weigh) alloy susceptible to present the shape memory phenomenon was first produced through air induction melting. The obtained ingots were cutted to produce samples with an equivalent weight of the order of 20g for remelting by plasma and injection molding by the Skull Push-Pull method using a Discovery Plasma machine from EDG equipments and controls (Brazil). The tablets obtained by that process were analyzed using optical microscopy, microhardness and electrical resistance as a function of temperature. Comparisons among the material with and without plasma reprocessing were accomplished to explain the obtained results. A reduction of the grain size was verified in the alloy submitted to plasma remelting and injection by the Skull Push-Pull method, modifying the physical and mechanical properties of the studied SMA. It was also observed larger levels of hardness in the alloy melted by air induction, when compared with the reprocessed ones. The alloys melted by induction, reprocessed by plasma and submitted to injection molding, have presented small changes in transformation temperatures. However, the reprocessed alloy and not injected present larger transformation temperatures.

Keywords: Cu-Al-Ni alloy, induction melting, plasma melting, Skull Push-Pull, metal injection molding.

<sup>\*</sup> E-mail: <u>carlos@dem.ufcg.edu.br</u> (C. J. de Araújo)

#### 1. Introdução

As ligas com memória de forma (LMF) são ligas metálicas que possuem a capacidade de retornar à sua forma original quando submetidas a um processo termomecânico apropriado, ou seja, quando submetidas a variações de temperaturas e/ou carregamento mecânico [1]. Os materiais metálicos que apresentam este fenômeno de memória de forma considerados são intrinsecamente como atuadores termomecânicos em virtude da capacidade que apresentam de produzir um deslocamento importante, associado a uma recuperação de deformação aparentemente plástica, quando submetidos a uma variação de temperatura [2]. Este deslocamento pode corresponder a uma deformação introduzida, e recuperável por simples aquecimento, de até 8% em tração uniaxial. Alternativamente, uma força considerável pode ser gerada se a deformação recuperável por efeito memória de forma (EMF) é restringida de alguma forma quando o material é aquecido. Vale ressaltar que estes fenômenos de memória de forma estão intimamente relacionados a uma transformação de fase do tipo martensítica reversível, ocorrendo no interior do material em função da temperatura.

Dentre as LMF, as ligas a base de cobre mais empregadas são aquelas das famílias do Cu-Zn-Al e do Cu-Al-Ni. As ligas Cu-Al-Ni possuem a desvantagem de apresentarem deformações reversíveis relativamente pequenas (~4%), entretanto, elas são menos dispendiosas do que as ligas Ni-Ti, e, em geral, são a única opção para aplicações onde se exigem altas temperaturas de transformação [3].

As LMF podem ser obtidas por fundição por indução magnética, fusão por feixe de elétrons, fusão a plasma ou ainda através de técnicas de solidificação rápida (obtenção de fitas de LMF). As LMF obtidas por fusão a indução, são obtidas em fornos de indução, onde os metais que compõem a LMF são aquecidos, fundidos e pelo próprio campo também misturados magnético. Este aquecimento e fusão por indução só são possíveis com materiais condutores de eletricidade. Assim, as correntes de Foucalt (correntes parasitas) induzidas nos metais (ou carga) são responsáveis pelo aquecimento que leva a fusão e homogenização do material. A grande vantagem desta técnica em relação às outras é que o calor é produzido diretamente na carga. Entretanto, possui a desvantagem de muitas vezes ser realizada ao ar. Já na fusão por plasma, a carga é fundida pelo calor gerado pelo plasma. Este processo de fundição é especialmente útil para fundir ligas que contém elementos químicos altamente reativos com a atmosfera comum, pois geralmente, esta técnica utiliza atmosfera controlada com gases inertes (em geral, argônio), permitindo, desta forma, fundir metais e suas ligas totalmente livres de contaminações [4],[5].

Este trabalho tem como objetivo geral analisar a influência do reprocessamento por plasma, com subseqüente conformação pelo método *Skull Push-Pull*, nas propriedades físicas e mecânicas de uma liga Cu-Al-Ni com efeito memória de forma obtida inicialmente via fusão ao ar em forno de indução.

### 2. Materiais e métodos

Inicialmente realizou-se o processo de fusão em forno de indução ao ar ambiente, obtendo-se lingotes (Fig. 3a) da liga Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) a partir de elementos químicos comercialmente puros (Cu, Al e Ni) e em forma de barras (Fig. 1a).



Figura 1 - (a) Forma dos materiais utilizados para a obtenção da liga Cu-Al-Ni no forno de indução, (b) Carga de 20g de liga Cu-Al-Ni obtida no forno de indução, para reprocessamento em forno a plasma.

O equipamento de fusão por indução é uma instalação INDUCTOTHERM modelo VIP POWER TRACK PT 9,6 KHz composta de conversor e forno de mesa conforme ilustra a Fig. 2a. O material da Fig. 1a, correspondente a uma carga de 200g, foi pesado em uma balança de precisão marca Marte, modelo AL-200C e colocado para fusão em um cadinho de grafite da marca Morganite, modelo CI-1. O produto obtido da fusão e vazamento na lingoteira de aço é uma barra de aproximadamente 20 cm de comprimento, da qual retiram-se lâminas através de processo de usinagem na Oficina Mecânica do DEM/CCT/UFCG, conforme ilustra a Fig. 3a. Após a obtenção do lingote, amostras do mesmo foram caracterizadas.

A Fig. 2b mostra o forno a plasma, modelo *Discovery Plasma*, marca EDG Equipamentos e Controles. Ao lado do mesmo encontra-se o cilindro de argônio, gás inerte utilizado para controle da atmosfera no processo.



Figura 2 – (a) Conjunto de equipamentos que forma a instalação de fusão por indução do DEM/CCT/UFCG. (b) Equipamento *Discovery* Plasma, para fusão a plasma.

A liga foi fundida, primeiramente no forno de indução (Fig. 2a) sem adição de qualquer elemento ou produto refinador de grão. O vazamento foi feito em lingoteira metálica préaquecida a uma temperatura de 500°C. Sendo as fusões realizadas ao ar, utilizou-se um fluxo redutor de oxidação COPERPAL LT. correspondendo a 1% da massa da liga. Amostras foram retiradas do lingote obtido (Fig. 3a), para as análises de resistência elétrica, metalografia (medição de tamanho de grão) e microdureza.

Em seguida, duas cargas (Fig. 1b) de 20g da liga obtida no forno a indução, foram pesadas e

levadas para refusão por plasma e conformação pelo método *Skull Push-Pull* [4], utilizando o equipamento mostrado na Fig. 2b. A primeira carga foi refundida na máquina *Discovery* Plasma, mas não foi submetida à conformação pelo método acima citado, obtendo-se dessa forma um botão (Fig. 3b). A segunda carga também foi reprocessada na máquina *Discovery*, e logo após foi conformada pelo método *Skull Push-Pull*, na mesma máquina, conseguindo-se desta maneira uma pastilha de base cilíndrica (Fig. 3c). Amostras do botão e pastilha foram obtidas para posterior análises de resistência elétrica, microscopia e microdureza.



Figura 3 – (a) Lâminas confeccionadas na Oficina Mecânica do DEM/CCT/UFCG a partir dos lingotes obtidos no forno a indução (b) botão e (c) pastilha obtidos no forno a plasma.

Os testes de resistência elétrica em função da temperatura foram feitos em lâminas (Fig. 3c) das ligas obtidas. Para isso, utilizou-se um sistema de medição desenvolvido no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) que pode ser visualizado na Fig. 4. O método consiste em aquecer e resfriar controladamente uma amostra de lâmina, imersa em um banho termo-regulável que pode fazer variar a temperatura de um óleo silicone na faixa de -40°C a 200°C. A amostra é conectada por quatro fios elétricos a um sistema de aquisição de dados que capta as variações de resistência elétrica do material à medida que a

temperatura varia. Uma fonte de alimentação CC estabilizada marca Agilent, modelo E3633A, foi acoplada ao sistema para passar uma corrente elétrica constante pela lâmina enquanto o sistema de aquisição de dados armazena as variações de resistência e a temperatura da amostra.



Figura 4– Bancada de teste para medição da variação de resistência elétrica em função da temperatura nas LMF.

Na metalografia, visando identificar a microestrutura das ligas, após lixamento e polimento, utilizou-se os seguintes reagentes: nital (25%) e uma solução contendo 2g K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, 8 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 4 ml NaCl (sol. saturada). Os exames metalográficos foram realizados no Laboratório de Metalografia e Microscopia do DEM/CCT/UFCG utilizando um microscópio ótico, marca Olimpus, modelo BX51M, acoplado a um computador. Neste trabalho utilizou-se o programa de análises de imagens MSQ<sup>™</sup> Express, versão 6.51, a fim de capturar imagens micrográficas e medir o tamanho de grão, com base nas normas ASTM E112-88 e E1382. Já os ensaios de microdureza foram efetivados em um microdurômetro MICROHARDNESS TESTER FM-700. Este ensaio foi realizado com uma carga de 300 gf e tempo de penetração de 15 segundos e espaçamento de 1 mm entre impressões. Após a realização do ensaio nas amostras brutas de fabricação, as amostras foram submetidas a um tratamento térmico de betatização a 900°C por 15 minutos seguido de têmpera em água para se obter a transformação martensítica reversível que origina os fenômenos de memória de forma. O equipamento utilizado para realizar o tratamento térmico foi um forno EDG TITAN Platiniun Quartz. Em seguida, repetiu-se todos os ensaios acima citados, para essa nova condição, ou seja, nas amostras temperadas.

#### 3. Resultados

Para se verificar a influência do reprocessamento a plasma e da conformação pelo método *Skull Push-Pull*, mediu-se o tamanho médio de grão da liga fundida por indução (lingote, Fig. 3a), da liga apenas reprocesssada (botão, Fig. 3b), e da liga reprocessada e conformada (pastilha, Fig. 3c).

As medidas foram realizadas antes e após o tratamento térmico de têmpera.

As Figuras 5a e 5b mostram, respectivamente, as microestruturas do lingote e pastilha, no estado bruto de fabricação, isto é, sem o tratamento térmico de têmpera. As Figs. 6a e 6b mostram a microestrutura destas amostras no estado temperado.



(a)



Figura 5 – (a) Microestrutura do lingote e (b) da pastilha no estado bruto de fabricação.



300 um (b)

Figura 6 – (a) Microestrutura do lingote e (b) da pastilha no estado temperado.

A Tabela 1 resume os resultados obtidos com relação aos tamanhos de grão para as amostras estudadas, antes e após a têmpera.

Nas Figs. 7a e 7b são mostrados os perfis de dureza para as amostras no estado bruto de fabricação e temperadas, respectivamente.

| AMOSTRAS | Amostras no Estado Bruto de Fabricação |             | Amostras no Estado Temperado |                |
|----------|--|-------------|------------------------------|----------------|
|          | Tam. médio de grão (µm)                | Desvio (µm) | Tam. médio de grão (µm)      | Desvio<br>(µm) |
| Lingote  | 348,70                                 | 68,00       | 577,40                       | 104,40         |
| Botão    | 299,00                                 | 49,52       | 352,00                       | 50,23          |
| Pastilha | 232,60                                 | 25,93       | 279,83                       | 35,20          |

Tabela 1 - Tamanho de grãos obtidos por microscopia ótica.

Os valores médios de dureza das amostras bruta de fabricação e temperadas podem ser observados na Tabela 2.



Figura 7 – Perfis de microdureza nas amostras (a) bruta de fabricação (não temperadas) e (b) após tratamento de betatização seguido de têmpera.

Tabela 2 - Resultado dos ensaios de microdureza nas amostras.

| AMOSTRAS | Amostras no Estado Bruto de Fabricação |             | Amostras no Estado Temperado |             |
|----------|--|-------------|------------------------------|-------------|
|          | Dureza média (HV)                      | Desvio (HV) | Dureza média (HV)            | Desvio (HV) |
| Lingote  | 386,99                                 | 14,33       | 245,33                       | 12,03       |
| Botão    | 292,72                                 | 17,63       | 223,48                       | 12,35       |
| Pastilha | 294,06                                 | 8,37        | 223,96                       | 17,66       |

As Figuras 8 e 9 mostram as curvas de *Resistência – Temperatura* obtidas para duas das amostras analisadas.



Figura 8 - Curva Resistência versus Temperatura para a pastilha não temperada.

As temperaturas da transformação direta durante resfriamento ( $M_S e M_f$ ) assim como aquelas da transformação reversa durante aquecimento ( $A_S e A_f$ ) para todas as amostras

foram determinadas pelo método das tangentes. A Tabela 3 apresenta os valores das temperaturas de transformação de fase (TTF) para cada amostra.



Figura 9 - Curva Resistência versus Temperatura para a pastilha temperada.

|                  | Temperaturas de Transformação de Fase (TTF) |                 |                           |                       |  |  |
|------------------|---|-----------------|---------------------------|-----------------------|--|--|
|                  | Lingote<br>temperado                        | Botão Temperado | Pastilha não<br>temperada | Pastilha<br>temperada |  |  |
| A <sub>s</sub>   | 93,37°C                                     | 97,48°C         | 175,76°C                  | 95,94°C               |  |  |
| $A_{\mathrm{f}}$ | 113,61°C                                    | 110,27°C        | 179,83°C                  | 105,26°C              |  |  |
| Ms               | 106,57°C                                    | 104,91°C        | 168,93°C                  | 99,38°C               |  |  |
| $M_{\rm f}$      | 84,25°C                                     | 87,11°C         | 155,67°C                  | 85,74°C               |  |  |
| $T_{\rm H}$      | 8,4°C                                       | 7,78°C          | 15,65°C                   | 7,43°C                |  |  |

Tabela 3 – Temperaturas medidas a partir dos laços de histerese em resistência elétrica.

#### 4. Discussão

A Tab. 1 indica que a amostra (pastilha) reprocessada por plasma e conformada pelo método Skull Push-Pull apresentou menores valores de Tamanho Médio de Grão (TG), tanto na condição bruta de fabricação (não temperada), da ordem de 230 µm, quanto na condição temperada (280 µm), indicando desta forma, uma possível melhora na tenacidade da liga. Observa-se também que, quando realizado o tratamento térmico de têmpera, as amostras apresentam maiores valores de TG. Isto pode ser atribuído ao tratamento de betatização, em que a amostra passa por um patamar de 15 minutos numa temperatura de 900°C. Já a amostra (lingote) obtida por fundição a indução apresentou maiores níveis de TG, chegando a atingir 577 µm no estado temperado, enquanto que a amostra (botão) apenas reprocessada, apresentou valores intermediários (300 µm, estado bruto). Verifica-se também, através da Tab. 1, que o método Skull Push-Pull de conformação, além de se comportar como um agente refinador de grãos, produz uma liga com grãos de tamanhos mais homogêneos, pois o desvio padrão das medidas efetuadas é menor em relação às outras amostras. A adição de refinadores de grão industriais ou até mesmo de outros elementos de liga (Nb, Ti, etc), deste que seja preservado o EMF da liga, na fundição por plasma em conjunto com o método de conformação *Skull Push-Pull*, pode ser uma alternativa para se ter uma maior eficiência na redução do TG da liga analisada.

As Figs 7a e 7b mostram os perfis de dureza para cada uma das amostras na condição bruta de fabricação e temperada, respectivamente. Nota-se que o lingote apresentou maiores níveis de dureza tanto para a condição bruta quanto para a condição temperada. Isto pode ser atribuído ao fato de que o lingote foi vazado em lingoteira pré-aquecida e, conseqüentemente, gerando uma menor taxa de resfriamento, implicandoem uma possível maior formação de fase  $\gamma$ , que é dura e frágil [2]. Observou-se também uma diminuição da dureza média da estrutura bruta de fusão (294 a 386 HV) com relação à estrutura martensítica após a têmpera (223 a 244 HV), o que era esperado, pois a martensita das LMF é relativamente dúctil, quando comparada com a martensita dos materiais ferrosos clássicos [2]. Isto ocorre devido os átomos solutos, das ligas nãoferrosas, ocuparem posições substitucionais na estrutura da liga, ao contrário do que ocorre nas ligas ferrosas, em que os átomos solutos ocupam posições intersticiais [6][1]. Os valores de dureza mais baixos para as amostras fundidas por plasma podem ser atribuídos ao fato de a fundição por plasma no equipamento Discovery plasma ser um processo que leva a formação imediata da estrutura martensítica dúctil, conforme ilustra a Fig. 5b em comparação com a Fig. 5a.

Nas Figuras 8 e 9 verificam-se os comportamentos da resistência elétrica das amostras em função da temperatura, permitindose determinar as TTF. Na Tabela 3 encontramse todas as TTF e também os valores de histerese em temperatura (T<sub>H</sub>) para cada amostra. O lingote na condição bruta não apresentou transformação de fase, pois neste estado não possui a estrutura martensítica (Fig. 5a). Entretanto, após têmpera o mesmo apresentou a transformação com TTF e T<sub>H</sub> indicadas na Tab. 3. A pastilha, amostra obtida por fusão a plasma com conformação pelo Skull método Push-Pull, apresentou transformação de fase tanto no estado bruto de fabricação quanto no estado temperado. Entretanto, as TTF e T<sub>H</sub> para o estado bruto da pastilha foram mais elevadas, como pode se verificar na Fig. 8 e na Tab. 3. Constatou-se que, quando o lingote, o botão e a pastilha foram temperados, apresentaram TTF e T<sub>H</sub> bastante próximas. Como são todos de uma mesma liga (Cu-Al-Ni), após serem submetidos a um tratamento térmico de têmpera, garante-se que toda a microestrutura dos mesmos seja completamente martensítica. Assim, as temperaturas de transformação e T<sub>H</sub>, serão próximas ou equivalentes, dependendo das perdas que poderiam vir a ocorrer durante os processos de fusão.

#### 5. Conclusões

Neste trabalho verificou-se a influência do reprocessamento por plasma e conformação pelo método Skull Push-Pull, sobre uma LMF Cu-13.5Al-4Ni obtida inicialmente via fusão ao ar em forno de indução. Constatou-se que este método de conformação foi capaz de reduzir em aproximadamente 33,3% o tamanho de grão médio da liga, em estado bruto. Verificou-se também que esta conformação proporcionou uma melhor homogeneidade nos tamanhos de grão da LMF, conseqüentemente possíveis melhoras nas propriedades físicas e mecânicas da mesma. Quanto à dureza, as amostras (botão pastilha) reprocessadas por plasma apresentaram menores níveis de dureza, quando comparadas com aquela obtida via fusão ao ar em forno a indução (lingote).

Todas as amostras, no estado temperado, apresentaram poucas variações nas TTF e  $T_H$ , quando comparadas entre si. No entanto, a amostra conformada pelo método *Skull Push-Pull*, no estado bruto de fabricação, apresentou valores mais elevados para estas temperaturas.

A liga otimizada para eficiência de deposição mostrou boa resistência à corrosão.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem os apoios financeiros recebidos dos Fundos Setoriais CTENERG e CTPETRO por meio do CNPq através, respectivamente, dos processos 400724/2003-0 e 504365/2004-5. Um agradecimento especial é dedicado ao apoio do PRH-25 da ANP/UFCG devido a concessão de bolsas de graduação ao primeiro e segundo autor.

#### Referências

- La Cava, C. A. P. L., Silva, E. P., Machado, L. G., Pacheco, P. M. C. L., Savi, M. A. Modelagem de um Dispositivo de Pré-Carga com Memória de Forma para Juntas Flangeadas. Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CD-ROM), Natal – RN, p. 1- 8, 2000.
- [2] Otsuka, K.; Wayman, C.M. Shape Memory Materials. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 1998. 284p.
- [3] Lojen, G.; Anzel, I.; Kneissl, A.; Krizman, A.; Unterweger, E.; Kosec, B.; Bizjak, M. Microstructure of rapidly solidified Cu-Al-

Ni shape memory alloy ribbons. Journal of Materials Processing Technology. Disponível em: <u>www.elsevier.com/locate/jmatprotec</u>. Acesso: 2005.

- [4] Discovery Plasma: Manual de Instalação,
  Operação e Manutenção. EDG
  Equipamentos e Controles Ltda. 2004
- [5] Inductotherm Manual de Operações e Manutenção: Manual do sistema *Vip Power Trak e Power Melt.* 2004.
- [6] ASM American Society for Metals:"Metals Handbook, Vol 9 Metallography and Microestructures", ASM, 1985.
- [7] Azevedo, T. A. Metalografia de Não-Ferrosos: Análise e Prática. Editora Edgard Blucher Ltda, 1980. 128p.